

Kombination von Laserbeugung und Bildanalyse: Spielerei oder Erkenntnisgewinn?

Messgerät: [SYNC](#)

Einführung

Seit Microtrac in den frühen 1970er Jahren die ersten kommerziellen Laserbeugungsanalytoren zur Partikelgrößenmessung auf den Markt brachte, hat sich einiges bewegt. Mittlerweile ist das Verfahren in vielen Industrien als Standard für die Qualitätskontrolle etabliert. Lediglich die Siebanalyse genießt eine noch größere Verbreitung für die routinemäßige Bestimmung der Partikelgrößenverteilung. Laserbeugung überzeugt durch einfache Handhabung, Robustheit, Vielseitigkeit und hohen Probendurchsatz bei gleichzeitig kurzer Analysezeit. Allerdings hat die Methode auch Limitierungen. Grund genug, die Laserbeugung durch zusätzliche Analysemethoden zu ergänzen. Hier bieten sich bildgebende Verfahren an, denn die Schwächen des einen Verfahrens sind die Stärken des anderen. Daher gab es in letzter Zeit verstärkt Bestrebungen, Laserbeugung und Bildanalyse in einem Messgerät zu kombinieren. Auch hier leistete Microtrac Pionierarbeit und bietet mit dem SYNC ein einzigartiges Hybridgerät, das Partikelgröße und -form simultan in ein und derselben Messzelle mit Laserbeugung und dynamischer Bildanalyse erfasst – und das sowohl für trockene Materialien als auch für Suspensionen und Emulsionen. (Abb. 1).

Ob es sich hierbei lediglich um „nice to have“ Zusatzinformationen handelt oder ob das neue Verfahren echten Erkenntnisgewinn bietet, soll in diesem Artikel anhand von mehreren industrienahen Anwendungsbeispielen verdeutlicht werden.

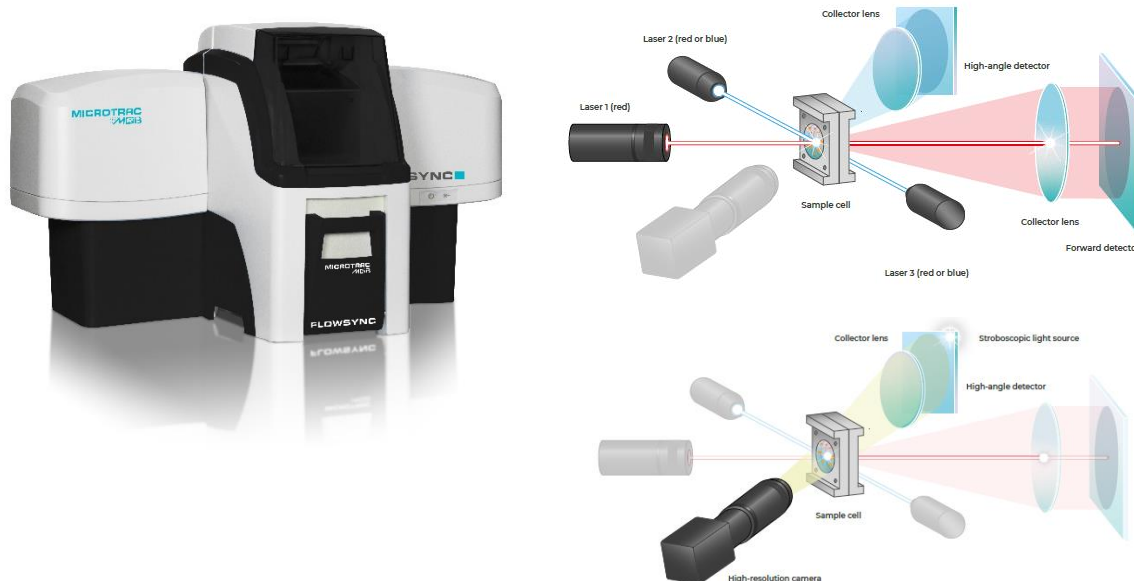


Abb. 1: Der SYNC von Microtrac kombiniert auf einzigartige Weise Laserbeugung (oben rechts) mit dynamischer Bildanalyse in derselben Messzelle (unten rechts).

Beispiel 1: Qualität von Metallpulvern für die additive Fertigung

Produktionsbedingt können bei gasverdünsten Metallpulvern Partikel zusammengeschmolzen werden und von der gewünschten Kugelform abweichen. Gerade bei der additiven Fertigung sind solche Fehlpartikel problematisch, da sie sich negativ auf das Fließ- und Sinterverhalten des Pulvers auswirken. Zwar sind Aggregate aus mehreren kugelförmigen Teilchen wesentlich größer als Einzelpartikel und können durch Sieben entfernt werden, das funktioniert jedoch nicht bei tropfenförmigen Partikeln oder sogenannten Satelliten. Dabei handelt es sich um kleine Partikel, die an größeren Partikeln anhaften. Diese lassen sich nicht durch Siebung entfernen, da der Durchmesser der größeren Kugel den Siebdurchmesser bestimmt, von dem das Gesamtpartikel zurückgehalten wird.

Abb. 2 zeigt die Analyse von zwei sphärischen Metallpulvern mit Laserbeugung. Die Medianwerte sind mit $34\text{ }\mu\text{m}$ bzw. $37\text{ }\mu\text{m}$ sehr ähnlich, ebenso die Verteilungsbreite. Man könnte also davon ausgehen, dass beide Proben qualitativ vergleichbar sind. Bei der Auswertung der simultan aufgenommenen Bilder zeigt sich allerdings sehr schnell, dass dies nicht der Fall ist! Die Bilder in Abb. 2b zeigen bei Probe 1 vorwiegend runde Partikel und bei Probe 2 viele Satelliten, sowie längliche oder deformierte Körner. Auf dem Scattergramm ist die Partikelgröße (Durchmesser in μm) und die Sphärizität dargestellt, die ein Maß dafür ist, wie sehr das Partikel einer perfekten Kugel (Sphärizität = 1.0) ähnelt. Jeder Punkt entspricht einer Partikelprojektion. Bei Probe 1 liegen die Sphärizitäts-Werte durchweg nahe 1, Probe 2 zeigt eine breite Streuung. Somit unterscheiden sich die Metallpulver der Probe 1 und 2 deutlich hinsichtlich Ihrer Qualität, obwohl die Laserbeugung vergleichbare Qualitäten nahelegt. Ohne die Bildanalyse wäre diese wichtige Information nicht verfügbar gewesen!

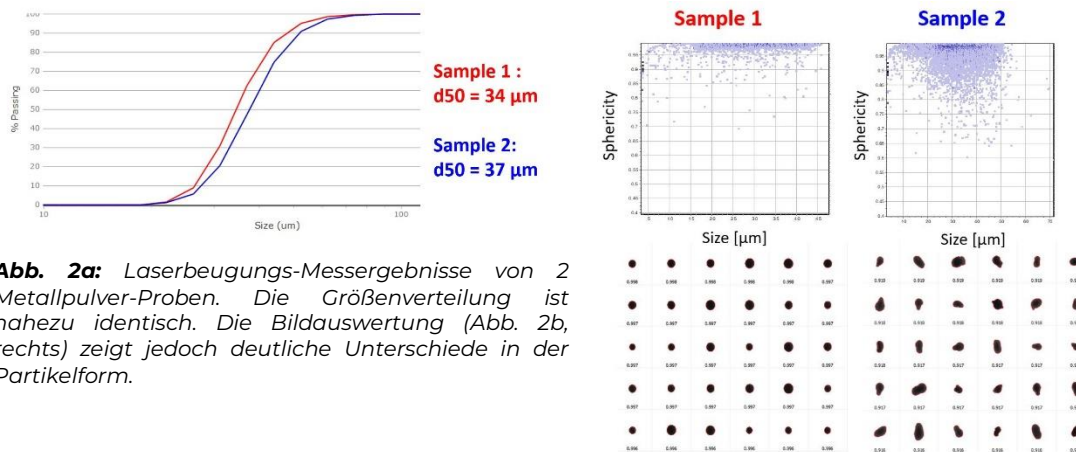


Abb. 2a: Laserbeugungs-Messergebnisse von 2 Metallpulver-Proben. Die Größenverteilung ist nahezu identisch. Die Bildauswertung (Abb. 2b, rechts) zeigt jedoch deutliche Unterschiede in der Partikelform.

Beispiel 2: Nadelförmige Kristalle

Bei der Auswertung einer Partikelmessung mit Laserbeugung werden immer kugelförmige Partikel angenommen. Das bedeutet, dass alle Beugungs-Signale so behandelt werden, als würden sie von sphärischen Modellpartikeln erzeugt - die Partikelform kann nicht zuverlässig erfasst werden. Diese Limitierung des Auswertemodells entspricht allerdings nicht der Geometrie der meisten realen Proben. In vielen Bereichen kommen sogar extrem plattige (z. B. Minerale der Glimmer-Gruppe) oder nadelförmige Kristalle vor, wie bei dem Mineral Wollastonit, einem Calcium-Silikat. Auch viele pulverförmige pharmazeutische Wirkstoffe sind nadelförmig. Im Zuge der Datenaufnahme passieren diese Partikel den Laserstrahl in verschiedenen Orientierungen. Das Beugungssignal kann – je nach Orientierung des Partikels - von der Längsseite oder der kurzen Seite auf den Detektor gelangen. Im ersten Fall interpretiert die Auswertung das Signal als „großes Partikel“, im zweiten Fall als „kleines Partikel“. Konsequenterweise wird eine bimodale Verteilung ausgegeben, bei der das erste Maximum der Verteilung der Breite und das zweite Maximum tendenziell der Länge entspricht. Ohne Kenntnis der Partikelform wird der Anwender dieses Ergebnis als Mischung von zwei verschiedenen großen Komponenten interpretieren (Abb. 3 oben links). Diese Fehlinterpretation lässt sich durch die simultane Bildanalyse sehr einfach verhindern. Hier tritt die nadelförmige Geometrie der Partikel deutlich hervor und es lässt sich sogar das Aspektverhältnis (Breite-zu-Länge) bestimmen (Abb. 3 oben rechts). Außerdem können getrennte Verteilungen für die Länge und die Breite der Kristalle ausgegeben werden (Abb. 3 unten).

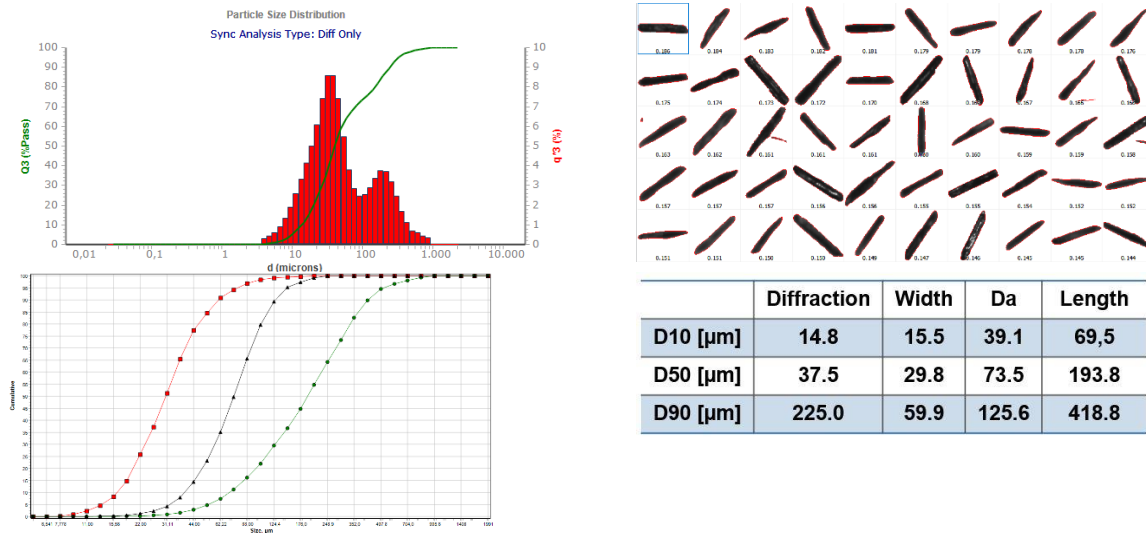


Abb. 3: Die Laserbeugungsanalyse von Wollastonit zeigt eine bimodale Kurve (oben links). Partikelbilder der Wollastonit-Kristalle (oben rechts). Die Bildanalyse (unten links): Breitenverteilung (rot), Längenverteilung (grün) und Verteilung basierend auf kreisäquivalentem Durchmesser der Partikelprojektionen Da (schwarz). Die numerischen Kenngrößen der Percentile zeigt die Tabelle (unten, rechts)

Beispiel 3: Detektion von Überkorn

Als Überkorn wird eine geringe Menge an Partikeln bezeichnet, die größer sind als der Rest der Probe und häufig außerhalb der Spezifikation eines Produktes liegen. In vielen Bereichen ist das Nichtvorhandensein von Überkorn ein wichtiges Qualitätskriterium, z. B. bei Schleifmitteln, bei denen zu große Partikel Kratzer auf dem bearbeiteten Werkstück hinterlassen würden.

Die klassische Laserbeugung ist für die Bestimmung von Überkorn nur eingeschränkt geeignet. Das liegt daran, dass ein winkelabhängiges Beugungs-Signal ausgewertet wird, welches von allen Partikeln gleichzeitig erzeugt wird (Kollektivmessverfahren). Große Partikel streuen Licht zu kleineren Winkeln, allerdings muss eine gewisse Mindestmenge dieser Partikel vorhanden sein, damit an den entsprechenden Detektoren das Signal/Rauschverhältnis gross genug ist, um für das Ergebnis berücksichtigt zu werden. Moderne Laserbeugungsanalysatoren können Überkorn ab ca. 2% sicher erkennen. Dies reicht für viele Anwendungen allerdings nicht aus. Da die Bildanalyse einzelne Partikel erfasst und auswertet, d. h. jede Partikelprojektion ein Messereignis generiert, ist die Empfindlichkeit für Überkorn deutlich erhöht. Bei der Auswertung kann das Ergebnis der Bildanalyse mit dem der Laserbeugung zu einer Partikelgrößenverteilung kombiniert werden. Dies ist im Beispiel in Abb. 4 gezeigt.

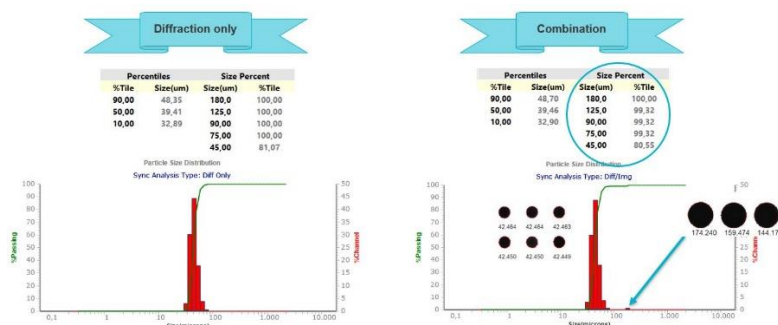


Abb. 4: Zu einer Probe Glaskugeln wurde 0.6% Überkorn hinzugefügt. In der Beugungsanalyse (Diagramm links) wird dieses nicht erfasst. Erst durch die Kombination mit der Bildauswertung wird das Überkorn detektiert (rechts). Zusätzlich lassen sich die großen Partikel auf den Bildern nachweisen und darstellen.

Ein weiteres Beispiel in Abb. 5 zeigt die Partikelgrößenverteilung einer Polymersuspension mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 170 nm. Bei derart kleinen Partikeln ist man auf die Laserbeugung angewiesen. Durch die Kombination mit der Bildanalyse lässt sich nicht nur das Überkorn zuverlässig erfassen, sondern auch sehr einfach makroskopisch beurteilen, ob es sich dabei um Partikel handelt oder um Kontamination wie z. B. Luftblasen oder verschlepptes Material. Das Ergebnis in Abb. 5 wurde mit der Beugungsanalyse ermittelt und zeigt ca. 3 % Überkorn bei einer Partikelgröße von ca. 10 μm. Diese Partikel lassen

sich durch die Bilder nachweisen und bei Bedarf gesondert auswerten. Zusätzlich wird ein sehr geringer Anteil von Partikeln > 40 µm gefunden (untere Zeile der Partikelbilder), die die Beugungsanalyse nicht erfasst.

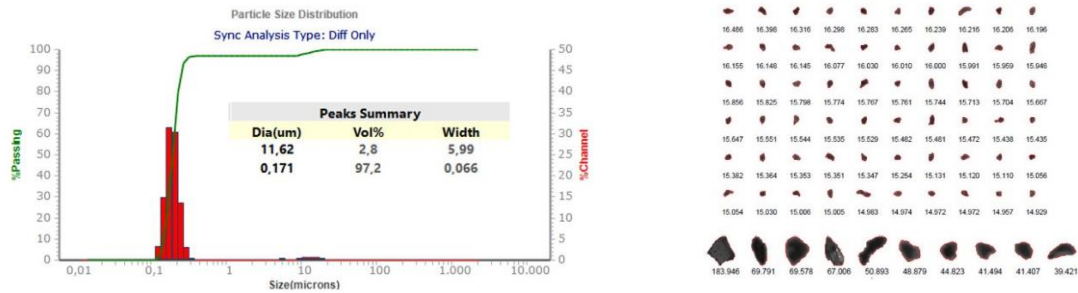


Abb. 5: Laserbeugungsanalyse einer Polymersuspension mit Überkorn (links). Partikelbilder des Überkorns (rechts).

Beispiel 4: Bestimmung von Mischungsverhältnissen

Da bei der Laserbeugung ein Signal ausgewertet wird, welches von allen Partikeln gleichzeitig erzeugt wird, ist es oft problematisch, Mischungen von verschiedenen Größen zu analysieren. Dies ist besonders dann der Fall, wenn diese Größen eng beieinander liegen. Aufgrund der hohen Auflösung der Kamera und der Auswertung von Einzelpartikeln ist die digitale Bildanalyse hier klar überlegen. Das Beispiel in Abb. 6 zeigt ein Ergebnis, bei dem die Mischungsanalyse mit Laserbeugung noch gut funktioniert. Aus einer Sandprobe mit einer Größenverteilung von 2 µm – 500 µm wurde die Fraktion 56 µm – 90 µm durch Siebung entfernt. Grob- und Feinanteil wurden im Verhältnis 1:1 gemischt und mit dem SYNC analysiert. Die Auswertung beruht allein auf Laserbeugung. In dem Ergebnis sind die beiden Komponenten deutlich getrennt zu erkennen und das Mischungsverhältnis wird mit 48,6 % / 51,4 % korrekt wiedergegeben.

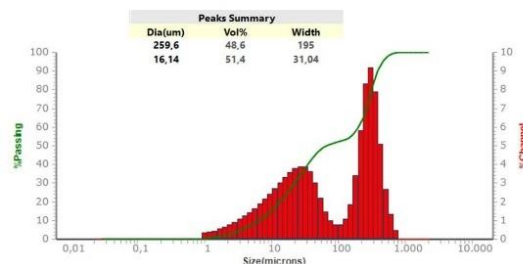


Abb. 6: Die Mischung von zwei Sandfraktionen lässt sich mit Laserbeugung noch gut bestimmen.

Ein weiteres Beispiel (Abb. 7) zeigt Messergebnisse einer trimodalen Mischung von Glaskugeln (3 Komponenten mit klar getrennter Partikelgröße). Die Größen der durch Siebung erzeugten Einzelkomponenten betragen < 45 µm, 75 µm-90 µm und > 125 µm. Bei der Auswertung mittels Laserbeugung wird lediglich eine bimodale Verteilung ausgegeben. Durch die kombinierte Auswertung von Laserdaten und Bildinformation deutet sich die Trimodalität bereits an. Bei der Analyse der reinen Bilddaten werden die Komponenten der Größe nach sauber getrennt. Zudem gibt es keine Überlappungen, so wie es von der Probenpräparation her zu erwarten wäre. Dennoch sind die relevanten Kenngrößen der Percentile d10, d50 und d90, die in der Partikelmesstechnik oft angegeben werden, für alle drei Auswertungen noch gut vergleichbar (lediglich der d50 der Beugungsanalyse ist ca. 20 µm zu groß).

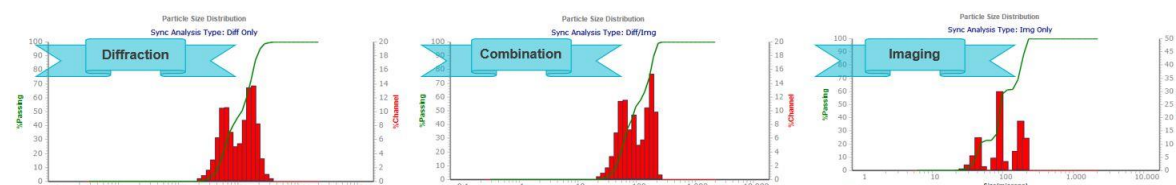


Abb. 7: Analyse einer trimodalen Mischung von Glaskugeln. Auswertung mit Laserbeugung (links), Bildanalyse (rechts) und einer Kombination aus beidem (mitte). Unten rechts die Kenngrößen d10, d50, d90.

	Diffraction	Combination	Imaging
D10 [µm]	41	41	38
D50 [µm]	101	83	83
D90 [µm]	185	177	180

Beispiel 5: Siebvergleich

Bei der Siebanalyse werden die Partikel von Maschen zurückgehalten, die ihrer kleinsten Projektionsfläche entsprechen. Bei nicht sphärischen Partikeln korreliert dies tendenziell mit ihrer Breite. Die Siebanalyse vermisst Partikel also immer in einer bestimmten Vorzugsorientierung. Da bei der Laserbeugung nicht zwischen Länge und Breite des Partikels unterschieden werden kann, ist das Ergebnis tendenziell größer als bei der Siebanalyse. Gerade Proben, die bei einer bestimmten Größe „abgesiebt“ wurden, zeigen im Laser-Ergebnis immer noch größere Partikel als erwartet, was bei vielen Anwendern zu Irritationen führen kann. Die Bildauswertung hilft dabei, das Resultat der Laserbeugung korrekt zu interpretieren. Erstens ist es möglich, eine Verteilung auszugeben, die auf Breitenmessung beruht und somit näher an der Siebanalyse liegt, zum anderen wird durch die Auswertung der Partikelgeometrie und Darstellung der Partikelprojektionen das Laser-Ergebnis verständlich und interpretierbar.

Abb. 8 zeigt das Ergebnis einer Laserbeugungsmessung von einem Polymerpulver. Die Probe wurde bei 100 µm abgesiebt, es sollten also keine größeren Partikel vorhanden sein. In der Verteilung sind aber 10 % größer als 100 µm, es werden sogar Partikel bis 500 µm detektiert. In dem Scattergramm zeigt sich, dass es sehr viele Partikel gibt, die länger als 100 µm (bis 500 µm) sind, aber kaum welche sind breiter als 100 µm, und wenn, dann nur um max. 30 µm. Die nicht-sphärischen Partikel dieser Probe orientieren sich so auf dem Sieb, dass sie der Breite nach durch die Maschen gelangen und somit als < 100 µm charakterisiert werden.

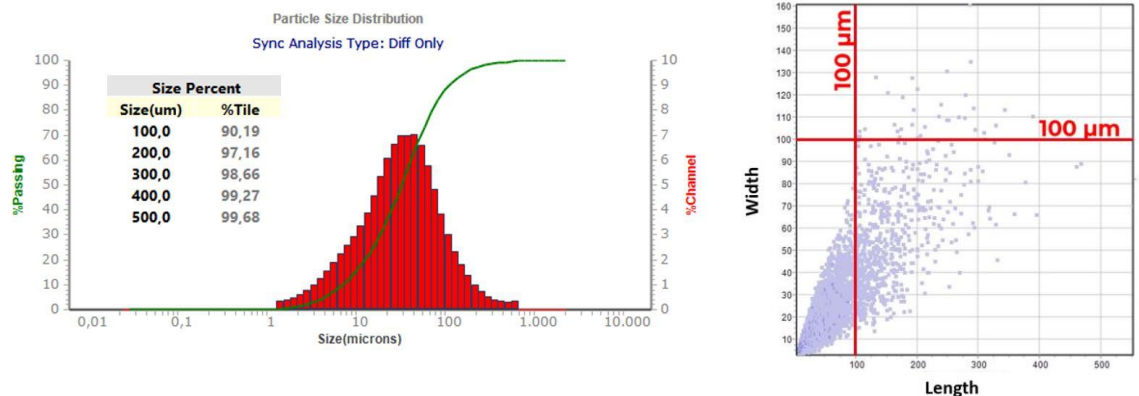


Abb. 8: Laserbeugungsergebnis einer Probe Polymerpulver. Obwohl bei 100 µm abgesiebt wurde, sind in der Verteilung größere Partikel angegeben. Das Scattergramm zeigt, dass dies der Länge der Partikel entspricht.

Zusammenfassung: Laserbeugung und Bildanalyse ergänzen sich perfekt

Bildanalyse eignet sich perfekt, um die Limitierungen der Laserbeugungs-Methode auszugleichen. Durch die Kombination von Laserbeugung und Bildanalyse erhält man aussagekräftige und zuverlässige Messergebnisse, sowie einen bedeutenden Zugewinn an Informationen. Neben der enormen Vielseitigkeit der Laserbeugung und der Analyse kleiner Partikel < 1 µm werden wichtige Parameter wie Partikelform und Überkorn mit Hilfe der Kamera detektiert und eindeutig dargestellt.

Der Analysator SYNC von Microtrac kombiniert beide Verfahren auf einzigartige Weise. Beide Analysen finden in der gleichen Messzelle statt. Das Ergebnis beruht wahlweise auf klassischer Laserbeugung, Bildanalyse oder einer Kombination aus beidem. Die Tabelle verdeutlicht, wie die beiden Methoden sich ergänzen.

	Laserbeugung	Bildanalyse
Formauswertung	Nein	Ja
Analyse von Partikeln < 1µm	Ja	Nein
Analyse von Mischungen und Überkorn	Eingeschränkt möglich	Sehr gut
Vielseitigkeit	Breiter Messbereich, flexibel	Eingeschränkter Größenbereich

For further information please contact us at: info@microtrac.com

www.microtrac.com